SNI 07-0826-1989

Standar Nasional Indonesia

Cara uji komposisi kimia aluminium dan paduan aluminium

ICS 77.120.10

Badan Standardisasi Nasional BSN

CARA UJI
KOMPOSISI KIMIA LOGAM ALUMINIUM DAN PADUAN ALUMINIUM

1. RUANG LINGKUP

Standar ini meliputi cara pengambilan contoh, cara uji aluminium dan aluminium paduannya untuk unsur-unsur : krom, tembaga, timbal, magnesium, silikon, seng, besi, mangan, titan, berilium, bismut, beron, nikel, dan timah.

2. CARA PENGAMBILAN CONTOH

Cara pengambilan contoh sesuai dengan ketentuan yang berlaku.

3. CARA UJI

3.1. Kadar Krom Dengan Oksidasi Persulfat

Metoda Titrasi

3.1.1. Prinsip

Krom dalam larutan asam dioksidasi oleh amonium persulfat dengan adanya perak nitrat. Kelebihan amunium persulfat dihilangkan dengan pendidihan dan mangan direduksi oleh asam klorida.

Fero amonium sulfat ditambahkan dan kelebihannya dititrasi kembali dengan kalium permanganat.
Batasan kosentrasi lebih dari 03, — 1,0 %.

3.1.2. B a h a n.

- Kristal amonium persulfat $(NH_4)_2 S_2 O_8$.
- Larutan baku fero amonium sulfat (0,1 N).
- Serbuk mangan sulfat ($MnSO_4$).
- Larutan baku kalium permanganat (0,1 N).
- Larutan $Ag NO_3$ (68 gram/l).
- Campuran asam Sulfat — Nitrat ($H_2 SO_4$ — HNO_3).
  Tambahkan dengan hati-hati 400 ml $H_2 SO_4$ ke dalam 1 liter air, dinginkan. Tambahkan 400 ml HNO_3, aduk dan encerkan sampai 2 liter.

3.1.3. Prosedur.

- Timbang 1,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg, pindahkan ke dalam erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 30 ml campuran asam $H_2 SO_4$—HNO_3, 20 ml larutan $AgNO_3$, panaskan pelan-pelan sampai contoh larut.
- Contoh terlebih dahulu dilarutkan dengan NaOH dan sedikit H_2O_2 dalam gelas piala (lihat 3.3.3).
- Tambahkan beberapa tetes HF bila contoh mengandung silika bebas. Didihkan sampai uap coklat hilang.

— Encerkan dengan air panas sampai 300 ml.

— Tambahkan 2 g $(NH_4)_2\ S_2O_8$ dengan hati-hati dan panaskan sampai mendidih.

— Tambahkan beberapa mg $MnSO_4$ bila warna merah dari asam permanganat tidak keluar dalam 4 sampai 5 menit.

— Didihkan selama 10 menit untuk menghilangkan kelebihan persulfat.

— Tambahkan $(NH_4)_2 S_2O_8$ bila warna permanganat hilang sebelum mendidih, dan didihkan.

— Tambahkan 0,5 ml HCl (1 + 1) dan didihkan terus sampai warna permanganat hilang. Bila diperlukan tambahkan lagi 0,5 ml HCl (1 + 1).

— Didihkan selama 15 menit untuk menghilangkan klor.

— Dinginkan larutan dalam suhu kamar.

— Tambahkan sejumlah volume dari larutan fero amonium sulfat sampai warna berubah dari kuning ke hijau.

— Titrasi kembali dengan larutan kalium permanganat sampai titik akhir berwarna merah jambu yang tidak berubah selama 1 menit.

— Titik akhir diperoleh pada titrasi potensiometri dengan 0,1 N larutan Fero. Amonium Sulfate yang akan ditunjukkan oleh terkristalnya kembali $K_2Co_2O_7$.

3.1.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar Krom (Cr)} = \frac{(AB - CD) \times 0{,}01734}{E} \times 100\%$$

A = ml larutan fero amonium sulfat yang diperlukan
B = normalitas larutan fero amonium sulfat
C = ml. larutan $KMnO_4$ yang diperlukan
D = normalitas larutan $KMnO_4$
E = gram contoh yang digunakan.

3.2. Kadar Tembaga Dan Timbal Dengan Elektrolisa Metoda Gravimetri

3.2.1. Prinsip.

Tembaga dan timbal diendapkan sebagai sulfida dari larutan asam tartarat. Endapan sulfida dibakar untuk dijadikan oksida, dilarutkan dalam asam, dan larutan contoh dielektrolisa.
Tembaga diendapkan dalam katoda dan timbal (IV) oksida diendapkan dalam anoda.
Batasan kosentrasi Cu 0,5—20% untuk pb 0,03—1,0%.

3.2.2. B a h a n.

— Campuran asam format.
Encerkan 200 ml asam format bj. 1,20 dengan air sampai 900 ml.
Tambahkan 30 ml NH_4OH dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan pencuci campuran asam format.
Encerkan 25 ml campuran asam format dengan air sampai 1 liter dan jenuhkan dengan H_2S.

— Larutan indikator metil merah (0,4 g/l)
Larutan 0,1 g metil merah dalam 3,72 ml 0,1 N Na OH. dan encerkan dengan air sampai 250 ml, dan saring.

— Larutan asam tartarat (250 g/l).

3.2.3. Peralatan.

Alat elektrolisa dengan elektroda-elektroda platina.

3.2.4. Prosedur.

- Timbang 1 sampai 10 g contoh, dengan ketelitian 1 mg, pindahkan ke dalam gelas kimia 500 ml.
- Tambahkan 25 ml HCl (1+1) untuk setiap g contoh.
- Tambahkan 1 ml HNO_3 bila reaksi hampir selesai.
- Uapkan sampai uap coklat hilang.
- Tambahkan 25 ml larutan asam tartarat untuk tiap g contoh, encerkan dengan air panas.
- Netralkan dengan NH_4OH dengan menggunakan indikator metil merah.
- Tambahkan 25 ml campuran asam format.
- Encerkan larutan sampai 200 ml bila berat contoh 3 g atau kurang.
- Panaskan larutan sampai hampir mendidih.
- Aliri larutan dengan gas H_2S selama 15 menit.
- Panaskan untuk membantu koagulasi dari endapan.
- Saring dengan kertas saring dan cuci sebanyak 8 kali dengan larutan pencuci asam format.
- Bakar kertas dan endapkan dalam cawan porselin pada suhu 500°C.
- Pindahkan residu pembakaran pada gelas kimia semula dan cuci cawan tadi dengan HNO_3 sesedikit mungkin.
- Tambahkan 10 ml HNO_3 (1+1) dan uapkan sampai volumenya berkurang.
- Tambahkan 50 ml air.
  Bila ada timah dan antimon akan mengendap.
- Saring larutan dengan kertas saring halus dan cuci dengan HNO_3 panas (1 + 99).
- Bila ada bismut, tambahkan NH_4OH sampai filtrat menjadi sedikit keruh.
- Tambahkan 1 ml HCL (1 + 1), encerkan dengan air panas sampai 300 ml. Dan panaskan pada suhu di bawah titik didihnya selama 1 jam.
- Saring dengan kertas saring halus dan cuci dengan air panas.
- Tambahkan 5 ml larutan asam tartarat.
  Netralkan dengan NH_4OH, dengan memakai indikator metil merah.
- Tambahkan 5 ml campuran asam format dan encerkan sekurang-kurangnya 200 ml.
- Panaskan larutan sampai hampir mendidih dan aliri dengan H_2S selama 15 menit.
- Tambahkan sedikit bubur kertas, aduk dan panaskan untuk membantu koagulasi dari endapan.
- Saring dengan kertas saring dan cuci 8 kali dengan larutan pencuci campuran asam format.
- Bakar kertas dan endapannya pada cawan porselin pada suhu 500°C.
- Pindahkan residu pembakaran pada gelas kimia 250 ml, cuci cawan dengan

2 ml HNO_3.
Dan satukan hasil cucian dengan residu.

- Tambahkan 5 ml HNO_3, panaskan sampai endapan larut, uapkan kira-kira menjadi 2 ml dan encerkan sampai 150 ml.
- Elektrolisa larutan dengan menggunakan elektroda yang sudah diketahui beratnya dan rapat arus 1 — 2A/dm2.
- Elektrolisa larutan sampai tidak berwarna dan lanjutkan elektrolisa sampai 1 ml larutan tidak memberikan warna dengan air yang dijenuhkan dengan H_2S.
- Tanpa pemutusan arus, angkat elektroda dari larutan dan bilas elektroda dalam 3 buah gelas kimia berisi air secara berturut-turut.
- Lepaskan katodanya dan bilas dalam 2 buah gelas kimia yang berisi etanol atau metanol secara berturut-turut.
- Keringkan dalam oven pada 110 °C selama 3 — 5 menit.
- Dinginkan, timbang endapannya sebagai logam tembaga.
- Lepaskan anodanya, cuci dengan air dan keringkan pada 110 — 120 °C selama 30 menit.
  Endapan mudah pecah dan pindahkan secara hati-hati.
- Jika silikon yang tidak larut ada, maka prosedur berikut harus digunakan.
  - uapkan larutan sampai kering kemudian dinginkan.
  - larutkan garam dalam air panas kemudian saring dengan kertas saring dan cuci dengan air panas.
  - simpan filtrat, bahan residu dalam Cawan platina pada 500 °C, dinginkan, tambah beberapa tetes asam sulfat (1 + 1), HNO_3 dan 2 — 5 ml HF, uap silikonnya.
  - larutkan zat yang tidak menguap dengan HNO_3 kemudian kembalikan pada fitrat.
- Dinginkan anodanya dan timbang endapan sebagai timbal (IV) oksida (PbO_2).

3.2.5. Perhitungan.

Kadar tembaga (Cu) = (A/C) x 100%

$$\text{Kadar timbal (Pb)} = \frac{(B \times 0{,}866)}{C} \times 100\%$$

A = gram Cu yang diperoleh
B = gram PbO_2 yang diperoleh
C = gram contoh yang digunakan.

3.3. Kadar Magnesium Dengan EDTA Metoda Titrasi

3.3.1. Prinsip.

Magnesium dipisahkan dari unsur-unsur paduannya dengan pengolahan dari contoh dengan NaOH dalam suasana H_2O_2 dan KCN.
Magnesium hidroksida ($Mg(OH)_2$) dilarutkan dalam asam klorida dan aluminium yang tertinggal dipisahkan dari endapannya dengan NH_4OH.
Mangan dioksidasi dengan brom dan dipisahkan sebagai mangan (IV) oksida.
Magnesium kemudian ditentukan dengan cara titrasi dengan dinatrium etilen diamintetra asetat (EDTA). Batasan konsentrasi 0,1 — 5,0 %.

3.3.2. B a h a n.

— Air brom (jenuh)

— Larutan standar dinatrium etilen diamin tetra asetat (EDTA) 0,05 M. Larutan 18,61 g EDTA dalam air, pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera dan kocok.
Standarkan sebagai berikut :
Pipet 20 ml larutan contoh magnesium (1 ml = 1,00 mg Mg) ke dalam gelas kimia 400 ml.
Tambahkan 40 ml HCL (1 + 1) dan netralkan dengan NH_4OH.
Encerkan dengan air sampai 250 ml, tambahkan 70 ml NH_4OH.
Tambahkan 10 tetes larutan KCN, 7 — 10 tetes larutan indikator Eriochrome Black — T dan titrasi dengan larutan EDTA 0,05 M.
Hitung magnesium ekivalen dengan larutan EDTA sebagai berikut :

$$\text{Mg ekivalen, g/ml} = \frac{0{,}020}{(A - B)}$$

A = ml larutan EDTA yang diperlukan untuk menitrasi larutan magnesium.
B = ml larutan EDTA yang dibutuhkan untuk menitrasi blanko.

— Larutan indikator Eriochrome Black — T (8 g/l) Larutkan 0,4 g Natrium Eriochrome Black — T dalam campuran 20 ml etanol dan 30 ml trietanolamin.

— Larutan baku magnesium (1 ml = 1,000 mg Mg). Larutkan 1,000 g magnesium (dengan kemurnian minimum 99,9 %) dalam 25 ml HCl (1 + 1). Pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

— Penyiapan, penyimpanan dan pemakaian larutan KCN perlu perhatian. Hindari penghisapan dari uap dan kontak dengan kulit dari bahan kimia tersebut.
Bekerja yang baik dengan ventilasi yang memenuhi syarat.

— Larutan Kalium Sianida (250 g/l).

— Larutan Natrium Hidroksida dengan Karbonat rendah (200 g/l). Larutkan 200 g NaOH (karbonat rendah) dalam air ke dalam cawan nikel atau cawan baja tahan karat. Dinginkan, encerkan sampai 1 liter.

3.3.3. Prosedur.

3.3.3.1. Larutan uji.

— Timbang 1,0 g contoh, dengan ketelitian 1 mg, masukkan ke dalam gelas kia 250 ml.

— Tambahkan 30 ml larutan NaOH sedikit demi sedikit.
Bila reaksi selesai, bilas gelas kimia dengan sedikit air dan didihkan sampai reaksi berhenti.

— Tambahkan beberapa tetes H_2O_2, 5 ml larutan KCN, dan didihkan.

— Encerkan dengan air panas sampai 150 ml dan saring dengan kertas saring kasar.
Cuci dengan air panas.

— Larutkan endapan yang ada dalam kertas saring dengan 40 ml HCL panas (1 + 1). Tampung larutan dalam gelas kimia 250 ml dan cuci kertas saring dengan air panas.

— Tambahkan 10 ml air brom jenuh.
Netralkan dengan NH_4 OH sampai warna brom hilang, lebihkan 6 — 8 tetes.
Kelebihan yang besar dari NH_4OH harus dihindari karena akan menghalangi peruraian dari aluminium, yang mana menggangu titik akhir dalam titrasi kemudian.

— Didihkan larutan sampai endapan MnO_2 terkoagulasi, dan didihkan sekurang-kurangnya 5 menit untuk menghilangkan kelebihan NH_3.

— Diamkan 1 menit dan saring dengan kertas saring yang berisi bubur kertas, tampung filtratnya dalam gelas kimia 400 ml.

— Cuci dengan air panas.
Bila kadar Mn atau Fe tinggi (endapannya banyak dan berwarna gelap), larutkan dan endapkan kembali seperti sebelumnya.

— Dinginkan filtrat pada suhu kamar, encerkan sampai 250 ml, dan tambahkan 70 ml NH_4OH.

— Tambahkan 10 tetes larutan KCN, 7 — 10 tetes larutan indikator Eriochrome Black — T dan titrasi dengan larutan EDTA 0,05 M sampai titik akhir berwarna biru jelas.

3.3.3.2. Penetapan Blanko.

— Netralkan 40 ml HCl (1 + 1) dengan NH_4OH.
Encerkan dengan air sampai 250 ml.

— Tambahkan 70 ml NH_4OH.
Tambahkan 10 tetes larutan KCN, 7 — 10 tetes larutan indikator Eriochrome Black — T dan titrasi dengan larutan EDTA 0,05 M.

3.3.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar magnesium (Mg)} \equiv \frac{(A - B)\,C}{D} \times 100\%$$

A = ml larutan EDTA yang digunakan untuk menitrasi larutan uji.
B = ml larutan EDTA yang digunakan untuk menitrasi blanko.
C = Mg ekivalen dengan larutan EDTA, g/ml.
D = gram contoh yang digunakan.

3.4. Kadar Silikon Dengan Natrium Hidroksida Asam Perklorat Metoda Gravimetri.

3.4.1. Prinsip.

Contoh dilarutkan dengan NaOH dan H_2O_2, dan larutan diasamkan dengan asam perklorat.
Silika didehidrasi, dibakar, ditimbang, dan diuapkan dengan asam fluorida. Residu dibakar dan ditimbang, kehilangan berat adalah silikon dioksida (SiO_2).

Batasan kosentrasi 0,5 — 20,0%.

3.4.2. B a h a n.

— Larutan pencuci amonium asetat (250 g/l).
Larutkan 25 g amonium asetat dalam 1 ml asam asetat glasial dan 99 ml air.

— Larutan natrium hidroksida (500 g/l).

— Asam sulfit (H_2SO_3)
Jenuhkan air dengan belerang dioksida (SO_2)
Siapkan segera sebelum digunakan.

3.4.3. Prosedur

3.4.3.1. Larutan uji

- Timbang dengan ketelitian 1 mg, contoh yang mengandung 0,010 – 0,075 g silikon (penimbangan tidak boleh kurang dari 0,35 g, dan pindahkan ke dalam cawan nikel 250 ml yang tertutup.
- Tambahkan 12 ml larutan NaOH per g contoh.
- Prosedur untuk penguraian sebagai berikut :
  Tambahkan 6 g NaOH pelet untuk setiap g contoh dan tambah 10 ml air.
- Bila reaksi telah selesai, bilas tutup dan cawan nikel dengan disemprot air panas, gunakan air sesedikit mungkin.
- Panaskan cawan nikel bertutup dan uapkan hati-hati sampai pekat, dinginkan, tambahkan H_2O_2 beberapa tetes, dan ulangi penguapannya.
- Ulangi penambahan H_2O_2 dan uapkan sampai silikon teroksidasi secara sempurna.
- Angkat cawan nikel dari pemanas, dinginkan, bilas tutup dan cawan nikel dengan 10 ml air, dan tambahkan 40 ml $HClO_4$ (3 + 2).
- Asam perklorat dapat dipakai dengan aman seperti dalam prosedure, akan tetapi jangan kontak dengan aluminium, silikon dan zat organik yang halus.
- $HCLO_4$ (3 + 2) didapat dengan cara sebagai berikut, H_2SO_4 campuran, 315 ml air, 625 ml H_2SO_4 dan 85 ml $HCLO_4$.
  Campuran setelah diuapkan, garamnya dilarutkan dalam 90 ml air dan 10 ml H_2SO_4 (1 + 3).
- Bilas cawan nikel, mula-mula dengan air panas, kemudian dengan beberapa mililiter $HClO_4$ (3 + 2) yang setara dengan volume air yang telah ditambahkan.
- Gosok cawan nikel benar-benar, dan terakhir cuci dengan air panas.
- Tambahkan semua pencuci ke dalam larutan utama.
- Tambahkan 5 ml HNO_3 dan 5 ml H_2SO_3.
- Uapkan sampai terbentuk asap putih, tutup, dan uapkan selama 15 menit.
- Bila Pb ada, akan hilang setelah penyaringan dan pencucian endapan dengan air dan H_2SO_4. Cuci endapan dengan amonium acetat panas. Larutan pencuci amonium acetat harus bebas dari silikon.
- Dinginkan, tambahkan 100 ml air panas, aduk dan panaskan sampai garamnya terlarut.
- Bila Tim dan Antimon ada, dihidrasi dengan H_2SO_4 dan larutkan garamnya dengan HCl.
- Bila mangan (IV) oksida (MnO_2) ada, larutkan dengan penambahan H_2O_2 tetes demi tetes.
- Tambahkan bubur kertas saring bebas abu, dan saring dengan kertas saring bebas abu.
- Bersihkan cawan nikel benar-benar untuk menghilangkan semua SiO_2.

- Cuci endapan dengan air panas sampai tidak bersifat asam terhadap lakmus.
- Akhirnya cuci sekali lagi dengan H_2SO_4 (1 + 9).
- Simpan kertas dan endapannya.
- Uapkan filtratnya dan cuci serta langkah selanjutnya seperti pada 3.4.3.1.3.
- Tempatkan kertas saring dan endapannya dalam cawan platina, keringkan dan bakar kertas dan endapannya mula-mula pada suhu rendah, kemudian bakar pada 1000 °C atau lebih sampai berat tetap.
- Dinginkan dalam desikator dan timbang.
- Pada residu, tambahkan beberapa tetes H_2SO_4 (1 + 1) dan kira-kira 5 ml HF.
- Uapkan hati-hati di atas pemanas sampai hampir kering, bakar pada 1000 °C atau lebih, dinginkan dalam desikator, dan timbang.
- Ulangi penambahan HF dan bakar sampai berat tetap.
  Pengurangan berat menunjukkan SiO_2.

3.4.3.2. Penentuan blanko.

- Penentuan blanko, menggunakan jumlah pereaksi dan prosedur yang sama.

3.4.4. Perhitungan.

$$\text{Kadar silikon (Si)} = \frac{(A - B) \times 0{,}4674}{C} \times 100\%$$

A = g silikon dioksida (SiO_2) yang didapat
B = koreksi blanko, g.
C = g contoh yang digunakan.

3.5. Kadar Seng Dengan Amonium Merkuri Tiosianat atau Seng Oksida Metoda Gravimetri.

3.5.1. Prinsip.

Contoh dilarutkan dalam asam dan seng diendapkan dengan hidrogen sulfida (H_2S).
Seng Sulfida (ZnS) dilarutkan dan seng diendapkan lagi sebagai seng merkuri tiosianat, dikeringkan dan timbang.
Atau seng sulfida dilarutkan dan diendapkan lagi sebagai sulfida, dibakar dan timbang sebagai seng oksida.
Batasan Konsentrasi 0,01 – 1,0 %.

3.5.2. Bahan.

Larutan 32 g amonium tiosianat (NH_4CNS) dan 2 g merkuri klorida ($HgCl_2$) dalam 500 ml air dan saring pisahkan residunya.

- Larutan pencuci amonium merkuri tiosianat.
  Encerkan 10 ml larutan amonium merkuri tiosianat sampai 1 l.
- Campuran asam format.
  Encerkan 200 ml asam format bj. 1,20 dengan air sampai 900 ml. Tambahkan 30 ml NH_4OH dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan pencuci campuran asam format.
Encerkan 25 ml campuran asam format dengan air sampai 1 l. dan jenuhkan dengan H_2S.

— Larutan pencuci hidrogen sulfida (H_2S).
H_2SO_4 (1 + 99) jenuh dengan hidrogen sulfida (H_2S).

— Larutan indikator metil merah (0,4 g/l).
Larutkan 0,1 g metil merah dalam 3,72 ml larutan 0,1 N NaOH dan encerkan dengan air sampai 250 ml, dan saring.

— Larutan kalium permanganat (10 g/l).

— Larutan natrium hidrosulfida (NaSH).
Larutkan 0,2 g natrium hidroksida (NaOH) dalam 1 liter air dan jenuhkan dengan H_2S.

— Larutan pencuci natrium sulfida (30 g/l).

— Larutan asam tartarat (250 g/l).

3.5.3. Prosedur

3.5.3.1. Larutan Uji.

— Timbang contoh yang sesuai dengan tabel berikut dan masukkan ke dalam gelas kimia 400 ml.

Seng, %	Berat contoh, g
0,01 — 0,10	5,0 — 3,0
0,10 — 0,90	2,0
0,90 — 1,00	1,0

— Tambahkan 15 ml HCl (1 + 1) dengan hati-hati untuk setiap g contoh dan 10 ml berlebih.

— Untuk contoh dengan kandungan Zn dan Pb 0,03% atau kurang, prosedur untuk menguraian sebagai berikut :
Tambahkan 6 g pellet NaOH untuk setiap g contoh dan tambahkan air sampai contoh larut.
Encerkan sampai 400 ml dengan air panas. Jenuhkan larutan dengan H_2S, ditunjukkan dengan pecahnya gelembung gas H_2S dalam larutan.
Endapan AL $(OH)_3$ harus dipisahkan.
Tambahkan buku kertas, saring dan cuci endapan dengan larutan pencuci Na_2S.
Larutkan endapan dengan HCl (1 + 1) dan pemisahan seperti prosedure 3.2.4.
Kedalam elektralit tambah 5 ml H_2SO_4 kemudian uapkan sampai terbentuk uap putih.
Dinginkan, tambah 50 ml air, 25 ml larutan NaSH dan didihkan.
Saring, cuci dengan larutan pencuci H_2S.
Didihkan selama 5 menit untuk menghilangkan H_2S.

- Tambahkan 1 ml HNO_3 bila reaksi hampir selesai dan didihkan sampai oksida nitrogen hilang.
- Encerkan larutan sampai 125 ml.
- Tambahkan 10 ml HCl (1 + 1) dan larutan aliri dengan H_2S selama 3 menit.
- Tambahkan sedikit bubur kertas, saring dengan kertas saring, dan cuci dengan larutan pencuci H_2S.
- Didihkan filtrat selama 10 menit untuk menghilangkan H_2S.
- Dinginkan, tambahkan 25 ml larutan asam tartarat untuk setiap g contoh. Encerkan sampai 250 ml.
- Tambahkan larutan indikator metil merah dan netralkan dengan NH_4OH.
- Tambahkan 25 ml campuran asam format, panaskan sampai hampir mendidih, dan aliri gas H_2S selama 15 menit.
- Tambahkan sedikit bubur kertas dan aduk, saring dengan kertas saring halus, dan cuci dengan larutan pencuci campuran asam format.
- Larutkan ZnS dari kertas saring dengan HCl (1 + 3) panas ke dalam gelas kimia dan cuci kertas saring dengan air panas.
- Tambahkan 5 ml H_2SO_4 dan uapkan sampai terbentuk uap putih.
- Dinginkan, tambahkan 50 ml air, didihkan dan tambahkan 25 ml larutan NaSH.
- Saring dengan kertas saring dan cuci dengan larutan pencuci H_2S.
- Didihkan selama 5 menit untuk menghilangkan H_2S.

3.5.3.2. Metoda Amonium Merkuri Tiosianat.

- Encerkan larutan sampai 150 ml dan besi dioksidasi dengan larutan $KMnO_4$.
  Kemudian sambil diaduk tambahkan 25 ml larutan amonium merkuri tiosianat.
- Diamkan semalam.
  Saring dengan cawan porous dan cuci dengan larutan pencuci amonium merkuri tiosianat.
- Keringkan endapan pada 105 °C selama 1 jam.
- Dinginkan dan timbang sebagai seng merkuri tiosianat.

3.5.3.3. Metoda Seng Oksida.

- Encerkan larutan sampai 100 ml.
- Tambahkan 5 ml larutan asam tartarat dan atur dalam suasana basa dengan NH_4OH dengan menggunakan indikator metil merah.
- Panaskan sampai hampir mendidih dan aliri H_2S selama 3 menit.
- Tambahkan 10 ml campuran asam format dan aliri H_2S selama 5 menit.
- Tambahkan sedikit bubur kertas, aduk, saring dengan kertas saring halus, dan cuci 5 kali dengan larutan pencuci campuran asam format.

— Pindahkan kertas saring dan endapan pada cawan porselin yang telah ditimbang atau cawan silika dan bakar dalam tekanan mengoksidasi sampai semua karbon hilang.

— Naikkan suhunya pelan-pelan sampai 950 °C dan panaskan pada suhu tersebut selama 20 menit.

3.5.3.4. Blanko.

— Buat larutan blanko dengan menggunakan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama.

3.5.4. Perhitungan :

— Seng merkuri tiosianat.

$$\text{Kadar seng (Zn)} = \frac{(A - B) \times 0{,}1289}{C} \times 100\%$$

A = g seng merkuri tiosianat yang didapat
B = koreksi blanko, g
C = g contoh yang digunakan.

— Seng Oksida.

$$\text{Kadar seng (Zn)} = \frac{(A - B) \times 0{,}8034}{C} \times 100\%$$

A = g seng oksida yang didapat
B = koreksi blanko, gram
C = g contoh yang digunakan.

3.6. Kadar Besi Dengan 1,10 — Phananthrolin Metoda Fotometri.

3.6.1. Prinsip.

Besi (II), dalam larutan yang mempunyai pH sekitar 5, membentuk warna kompleks merah jingga dengan 1,10 phenanthrolin.
Pengukuran fotometri pada panjang gelombang 510 nm. Batasan konsentrasi 0,01 — 3,0%.

3.6.2. Bahan

— Larutan Hidroksilamin Asam Klorida (100 g/l).
Larutkan 10 g hidroksilamin asam klorida ($NH_2OH.\ HCl$) dalam air dan encerkan sampai 100 ml.

— Larutan baku besi A (1 ml = 0,10 mgFe).
Larutkan 0,1000 g logam besi (dengan kemurnian minimum 99,8%) dalam 50 ml air, 25 ml HCl dan 1 ml HNO_3. Panaskan hati-hati untuk melarutkan besi dan untuk menghilangkan uap coklat.
Dinginkan, pindahkan pada labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

— Larutan baku besi B (1 ml = 0,02 mg Fe).
Pipet 100 ml larutan baku besi A, masukkan dalam labu ukur 500 ml. Tambahkan 10 ml HCl, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

— Larutan 1,10 — Phenanthrolin (2 g/l).
Larutkan 0,4 g 1,10 phenanthrolin monohidrat dalam metanol dan encerkan sampai 200 ml dengan metanol.

— Larutan penyangga Natrium Asetat—Asam Asetat.
Larutkan 272 g natrium asetat trihidrat dalam 500 ml air. Tambahkan 240 ml asam asetat glasial, dinginkan dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan natrium hidroksida (200 g/l).

— Timbal.
Butiran timbal yang sangat halus mengandung besi kurang dari 0,001%.

3.6.3. Peralatan.

Fotometer.

3.6.4. Prosedur.

3.6.4.1. Persiapan kurva kalibrasi.

— Larutan kalibrasi
Pipet 1.0, 2.0, 4.0, 7.0 dan 10.0 ml larutan baku besi 8 (1 ml = 0,02 mg Fe) pada 5 buah labu ukur 100 ml.
Encerkan sampai 60 ml, tambahkan berturut-turut, campur setiap kali penambahan :
4 ml larutan $NH_2OH.HCl$, 10 ml larutan penyangga natrium asetat-asam, dan 10 ml larutan 1,10 phenanthrolin.
Encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
Diamkan selama 5 menit.

— Larutan blanko.
Buat larutan blanko dengan menggunakan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama seperti 3.6.4.1.1.

— Foto metri.
Ukur serapan larutan blanko dan larutan kalibrasi dengan menggunakan panjang gelombang 510 nm.

— Kurva kalibrasi.
Alurkan hasil pembacaan fotometri dari larutan kalibrasi terhadap mg besi per 100 ml larutan.

3.6.4.2. Larutan Uji.

— Bersihkan contoh dengan jalan mencelupkan ke dalam HCl (1 + 9) selama 5 — 10 detik, buang asamnya, cuci dengan air, kemudian dengan aseton dan keringkan.

— Timbang 0,50 g contoh, dengan ketelitian 1 mg, dan masukkan ke dalam cawan nikel 250 ml. Tutup dengan kaca arloji dan larutkan dengan penambahan 15 ml larutan NaOH (200 g/l).

— Bila reaksi reda, bilas tutup dan cawan nikel, dan didihkan hati-hati sampai silikon larut dengan sempurna.

— Dinginkan, pindahkan ke dalam gelas kimia 250 ml yang mengandung 25 ml HCl (1 + 1) dan gosok serta cuci cawan nikel tersebut, dan hasil cucian satukan.

— Panaskan dan didihkan sampai garamnya larut.

— Angkat, tambahkan beberapa tetes H_2O_2.
Biarkan bereaksi tanpa pemanasan.

— Didihkan hati-hati sampai H_2O_2 terurai dan klornya hilang. Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 250 ml, encerkan sampai tanda tera dan kocok.

— Pindahkan larutan contoh yang mengandung antara 0,02 — 0,20 mg besi ke dalam gelas kimia 150 ml.
Encerkan sampai kira-kira 30 ml dan tambahkan 1 — 2 g timbal.

— Panaskan hati-hati sampai besi direduksi menjadi fero dan tembaga dihilangkan dengan sempurna, diperlukan waktu kira-kira 5 — 8 menit.

— Dinginkan, pindahkan larutan ke dalam labu ukur 100 ml, dan cuci residu dengan pengenap tuangan.

— Tambahkan berturut-turut 4 ml larutan $NH_2OH.HCl$, 10 ml larutan penyangga natrium asetat-asam, dan 10 ml larutan 1,10 phenanthrolin. Encerkan sampai tanda tera dan kocok.
Diamkan selama 5 menit.

3.6.4.3. Fotometri.

Ukur serapan larutan uji seperti pada 3.6.4.1.3.

3.6.5. Perhitungan

3.6.5.1. Pindahkan pembacaan fotometri dari larutan uji dalam mg besi dengan bantuan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar besi} = \frac{A}{(8 \times 10)} \%$$

A = mg besi yang diperoleh dalam 100 ml larutan akhir.
B = g contoh yang ada dalam 100 ml larutan akhir.

3.7. Kadar Mangan Dengan Periodat Metoda Fotometri

3.7.1. Prinsip.

Ion mangan dalam larutan asam, dioksidasi menjadi ion permanganat oleh kalium periodat.

Pengukuran fotometri pada panjang gelombang 545 nm.
Batasan konsentrasi 0,01 — 2,0%.

3.7.2. Bahan

— Larutan baku mangan (1 ml = 0,10 mg Mn).

— Larutan kalium periodat (7,5 g/l).
Larutkan 7,5 g kalium periodat (KIO_4) dalam 200 ml HNO_3 panas (1 + 1), tambahkan 400 ml H_3PO_4, dinginkan, dan encerkan sampai 1 liter.

— Larutan natrium hidroksida (200 g/l).

— Larutan natrium nitrit (20 g/l).

3.7.3. Peralatan.

Fotometer

3.7.4. Prosedur.

3.7.4.1. Persiapan kurva kalibrasi

— Larutan kalibrasi.
Pipet 0.5, 1.0, 2.5, 5.0 dan 10.0 ml larutan baku mangan (1 ml - 0,10 mg Mn) masukkan ke dalam lima buah gelas kimia 150 ml.
Samakan volumenya sampai 10 ml.
Tambahkan 10 ml larutan KIO_4.
Panaskan sampai mendidih dan didihkan pelan-pelan selama 2 menit, lanjutkan pemanasan di bawah titik didihnya selama 10 menit.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.

— Larutan blanko.
Buat larutan blanko dengan menggunakan prosedur dan jumlah pereaksi yang sama seperti 3.7.4.1.1.

— Fotometri.
Ukur serapan larutan blanko dan larutan kalibrasi dengan menggunakan panjang gelombang 545 nm.

— Kurva kalibrasi.
Alurkan hasil pembacaan fotometri dari larutan kalibrasi terhadap mg mangan per 100 ml larutan.

3.7.4.2. Larutan Uji.

— Timbang 1,0 g contoh, dengan ketelitian 1 mg, masukkan ke dalam gelas kimia 400 ml.

— Tambahkan 25 ml larutan NaOH, dan tutup gelas kimia.

— Bila reaksi reda, bilas tutup dan gelas kimia, dan uapkan hati-hati sampai menyerupai sirup.

— Angkat dari pemanas, tambahkan 25 ml air dingin dengan hati-hati, dan dinginkan.

— Tambahkan 50 ml HNO_3 (1 + 1), panaskan untuk melarutkan garamnya, dan untuk menghilangkan oksida nitrogen.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.

– Pindahkan larutan contoh yang mengandung antara 0,05 – 1,0 mg mangan ke dalam gelas kimia 150 ml.
Tambahkan 10 ml larutan KIO_4.
Panaskan sampai mendidih dan didihkan pelan-pelan selama 2 menit, lanjutkan pemanasan di bawah titik didihnya selama 10 menit.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.

3.7.4.3. Fotometri.

Ukur serapan larutan uji seperti pada 3.7.4.1.3.

3.7.5. Perhitungan.

Pindahkan pembacaan fotometri dari larutan uji dan larutan blanko dalam mg mangan dengan bantuan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar mangan (Mn)} = \frac{(A - B)}{(C \times 10)} \%$$

A = mg mangan yang terbdntuk dalam 100 ml larutan akhir.
B = koreksi pereaksi blanko, dalam mg Mn.
C = g contoh yang digunakan dalam 100 ml larutan akhir.

3.8. Kadar Titan Dengan Asam Kromotropat Metoda Fotometri.

3.8.1. Prinsip.

Contoh dilarutkan dalam larutan NaOH dan diasamkan dengan asam nitrat dan asam sulfat.
Besi direduksi dengan asam askorbat.
Warna kuning kompleks dari titan dengan asam kromotropat terbentuk pada pH antara 2,1 dan 2,2.
Pengukuran fotometri dengan panjang gelombang 470 nm.
Batasan konsentrasi 0,002 – 0,3%.

3.8.2. Bahan.

– Larutan asam askorbat (40 g/l).
Larutan 1 g asam askorbat dalam 25 ml air (jangan gunakan larutan yang telah didiamkan lebih dari 1 jam).

– Larutan asam Kromotropat (20 g/l).
Larutan 2 g asam kromotropat (g dinatrium 4,5 – dihidroksi 2,7 – asam naftalen disulfonat) dalam 70 ml air yang mengandung 0,75 ml asam asetat.
Tambahkan 02, g natrium metadisulfit ($Na_2 S_2 O_5$) dan aduk larutan sampai sempurna.

Saring dengan kertas saring halus, filtrat tampung dalam labu ukur 100 ml.
Cuci dengan air, encerkan sampai tanda tera, dan kocok, (jangan gunakan larutan yang telah didiamkan lebih dari 3 minggu).

– Larutan Kalium Permanganat (1 g/l).

– Campuran pereaksi.
Tuangkan 300 ml air ke dalam labu ukur 1 liter, tambahkan 250 ml larutan NaOH A, 250 ml H_2SO_4 (1 + 4), 18 ml HNO_3 dan campur.

– Dinginkan, encerkan sampai tanda tera, dan kocok. (pH ± 0,5).

- Larutan natrium hidroksida A (200 g/l).
  Larutkan 200 g NaOH dalam 500 ml air, encerkan sampai 900 ml, dinginkan.
  Pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Larutan natrium hidroksida B (80 g/l).
  larutkan 80 g NaOH dalam 200 ml air, encerkan sampai 90 ml, dinginkan.
  Pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Serbuk natrium metadisulfit ($Na_2 S_2 O_5$).
- Larutan penyangga, asam monokloro asetat.
  Larutkan 189 g asam monokloro asetat dalam 150 ml air. Larutkan 40 g NaOH dalam 100 ml air, dan dinginkan.
  Tambahkan larutan NaOH pada larutan asam monokloro asetat, campur dan dinginkan.
  Jika keruh, saring dengan kertas saring halus dan cuci kertas saring dengan air. Pindahkan ke dalam labu ukur 500 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok (pH ± 2,9).
- Larutan natrium sulfit (20 g/l).
  Larutkan 2 g natrium sulfit ($Na_2 SO_3$) dalam air dan encerkan sampai 100 ml. (Jangan gunakan larutan yang telah didiamkan lebih dari 8 jam).
- Larutan jenuh asam sulfida.
- Larutan baku Titan A (1 ml = 0,4 mg Ti).
  Larutkan 0,400 gram titan (dengan kemurnian minimum 99,5%) dalam 125 ml H_2SO_4 (1 + 4).
  Bila terjadi penguraian, oksidasikan dengan 10 tetes HNO_3, panaskan perlahan-lahan untuk menghilangkan asap dari oksida nitrit.
  Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera dan kocok.
- Larutan baku Titan B (1 ml = 0,02 mg Ti).
  Pipet 50 ml larutan standar titan A masukkan ke dalam labu ukur 1 liter, encerkan sampai tanda tera dan kocok.
- Larutan baku Titan C (1 ml = 0,002 mg Ti).
  Pipet 100 ml larutan baku titan B masukkan ke dalam labu ukur 1 liter. Tambahkan 2,5 ml H_2SO_4 (1 + 4), dinginkan, encerkan sampai tanda tera dan kocok. (Jangan gunakan larutan yang telah didiamkan lebih dari 1 hari).

3.8.3. Peralatan.

Fotometer
pH meter

3.8.4. Prosedur.

3.8.4.1. Persiapan Kurva Kalibrasi.

- Pipet 1, 2, 4, 10 dan 15 ml larutan standar titan C masukkan ke dalam gelas kimia 100 ml yang mengandung 10 ml campuran pereaksi.
- Pipet 1, 2, 3, 4 dan 5 ml larutan standar titan B masukkan ke dalam gelas kimia 100 ml yang mengandung 10 ml campuran pereaksi.

- Tambahkan larutan $KMnO_4$ tetes demi tetes sampai terbentuk warna merah yang tetap.
- Tambahkan larutan Na_2SO_3 tetes demi tetes, aduk larutan benar-benar, sampai permanganat terurai, kemudian tambahkan 1 tetes berlebih. Tambahkan 10 ml larutan penyangga asam monokloro asetat dan kocok. Tambahkan 1,0 ml larutan asam askorbat dan campur.
  Atur volumenya kira-kira 35 ml.
  Atur pH 2,1 – 2,2 dengan H_2SO_4 (1 + 4) atau larutan NaOH B dengan menggunakan pH meter.
- Pipet masing-masing 5 ml larutan asam kromotropat tambahkan ke dalam tiap-tiap gelas kimia pada 3.8.4.1.1. dan 3.8.4.1.2.
  Pindahkan masing-masing larutan dalam gelas kimia tersebut ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Larutan blanko.
  Tuangkan 10 ml campuran pereaksi ke dalam gelas kimia 100 ml dan langkah selanjutnya seperti 3.8.4.1.3.
- Fotometri.
  Ukur serapan larutan blanko dan larutan kalibrasi dengan menggunakan panjang gelombang 470 nm.
- Kurva Kalibrasi.
  Alurkan hasil pembacaan fotometri dari larutan kalibrasi terhadap mg titan per 50 ml larutan.

3.8.4.2. Larutan Uji.

- Timbang contoh yang sesuai dengan tabel berikut dan masukkan ke dalam gelas kimia 250 ml.

Titanium, %	Contoh berat, g	Toleransi dalam contoh berat, mg
0,001 – 0,03	1,000	0,5
0,02 – 0,30	0,500	0,2

  Tambahkan 25 ml larutan NaOH A, tutup, panaskan pelan-pelan pada permulaan reaksi.

  Bila reaksi berjalan lambat, cuci tutup dan gelas kimia dengan air panas. Didihkan pelan-pelan untuk beberapa menit supaya penguraian terjadi sempurna, dan dinginkan.
- Untuk paduan yang mengandung silikon lebih dari 3% sebagai berikut : Pindahan contoh ke dalam Cawan pelatina dan tutup dengan penutup platina.
  Tambahkan 25 ml larutan NaOH. Bila reaksi selesai bilas Cawan dan tutupnya dengan air panas dan uapkan menjadi seperti pada prosedure selanjutnya seperti 3.8.4.2.3.

- Encerkan sampai 50 ml.
  Tambahkan 2 ml HNO_3 dan 40 ml H_2SO_4 (1 + 4), campur dan panaskan pelan-pelan sampai garamnya terlarut.
  Bila mangan (IV) oksida telah terpisah, tambahkan beberapa tetes larutan H_2SO_4 dan didihkan selama 3 – 5 menit.
  Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.

- Saring dengan kertas saring halus, buang 10 — 20 ml filtrat yang pertama, dan tampung filtrat berikutnya sampai kira-kira 50 ml.
  Pipet 10 ml filtrat bila konsentrasi titan kurang dari 0,15%, atau 5 ml bila konsentrasi titan lebih besar dari 0,15% ke dalam gelas kimia 100 ml. Langkah selanjutnya seperti pada 3.8.4.1.3.
  Bila larutan uji mengandung krom atau unsur lain yang membentuk warna, pipet lagi 10 ml filtrat seperti pada 3.8.4.2.4. Dan langkah selanjutnya seperti 3.8.4.1.3. Setelah pH diatur, pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai tanda tera, dan kocok.
- Buat larutan blanko tanpa penambahan asam kromotropat.
- Fotometri.
  Ukur serapan larutan uji dan larutan blanko.

3.8.5. Perhitungan.

Pindahkan hasil pembacaan fotometri dari larutan uji dan larutan blanko dalam mg titanium dengan bantuan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar titanium (Ti)} = \frac{(A - B)}{(C \times 10)} \%$$

A = mg Ti yang diperoleh dalam 50 ml larutan akhir.
B = koreksi larutan blanko, mg titanium.
C = g contoh yang ada dalam 50 ml larutan uji akhir.

3.9. Kadar Berilium dengan metoda Morin (Titrimetri)

3.9.1. Prinsip.

Dalam larutan basa, berilium dan morin membentuk senyawa, menghasilkan fluoressence kuning hijau kira-kira 520 nm, jika dieksitasi oleh cahaya kira-kira 430 nm. Kestabilan fluoressence paling lama 1 jam, jika larutan uji disimpan pada suhu konstan.
Batas konsentrasi 1 — 100 ppm.

3.9.2. Bahan-bahan.

- Botol plastik 500 ml.
- Penangas suhu — konstan, 20 atau 25 °C.
- Alat pengukur fluoressence.
- Acetil aseton (2,4 — pentanadion) teknis.
- Larutan Aluminium sulfat (49 g/l).
  Larutan 4,9 g aluminium sulfat ($Al_2(SO_4)_3 . 18 H_2O$) dalam 70 ml air, tambahkan 1 ml $HClO_4$, pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml.
  Encerkan sampai tanda batas dan kocok.
- Larutan pencuci Amonium nitrat (10 g/l)
  Larutkan 5 g amonium nitrat (NH_4NO_3) dalam air dan encerkan sampai 500 ml.
- Larutkan Standar berilium A (1 ml = 100 μg Be).
  Larutkan 1,964 berilium sulfat $BeSO_4 . 4 H_2O$) dengan air, tambahkan 10 ml $HClO_4$, pindahkan ke dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda batas dan kocok.
- Larutan standar berilium B (1 ml = 0,10 μg Be).
  Pipet 10 ml larutan berilium A dan pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml. Tambahkan 1 ml $HClO_4$, encerkan sampai tanda batas dan kocok. Pipet

10 ml larutan tersebut dan pindahkan ke dalam labu ukur 1 l. Tambahkan 10 ml $HClO_4$, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

— Kloroform ($CHCl_3$).

Asam distilentriamin penta asetat (DTPA), kristal. Timbang 100 g DTPA, masukkan ke dalam 800 ml air, dan panaskan sampai mendidih.
Tambahkan 8 sampai 10 g karbon penyerap warna kualitas tinggi dan aduk dengan baik, saring dengan kertas saring kasar.
Pindahkan filtrat yang jernih ke dalam gelas piala 1 l dan aduk dengan kuat sehingga menyebabkan pengkristalan kembali seluruh larutan. Dinginkan dalam penangas air. Saring dengan pengisap yangdiberi kertas saring kasar dan gunakan sedikit mungkin air.
Keringkan pada 110 °C.

— Larutan dinetrium etilen diamintetre asetat (EDTA) (100 g/l). Larutkan 100 g EDTA dengan air dan encerkan sampai 1 l.

— Larutan pencuci EDTA.
Tambahkan 5 ml H_2SO_4 dan 10 ml larutan EDTA ke dalam 300 ml air. Tambahkan 2 tetes larutan indikator penol merah dan NH_4OH sampai larutan menjadi merah. Dinginkan dan encerkan sampai 500 ml.

— Larutan Morin (0,075 g/l).
Larutkan 0,0075 g morin bebas air (3,5,7,2,4 pentahidroksi flavon) ke dalam 40 ml etanol. Pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml, dengan air, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

— Larutan indikator penol merah (1 g/l).
Larutkan 0,1 g penol merah dengan 50 ml metanol dan encerkan dengan 100 ml air.

— Larutan penyangga piperidin.
Larutkan 15 g kristal DTPA dalam 200 ml air.
Tambahkan 75 ml piperidin yang telah disuling (disaring) dan dingin. Tambahkan 20 g Natrium sulfit bebas air (Na_2SO_3) dan encerkan sampai 500 ml. Simpan dalam botol plastik. Larutan akan mengurai dan harus dibuang setelah 6 bulan.

— Kertas Kalium Iodida — kanji.

— Larutan Quinin sulfat (0.1 g/l)
Larutkan 0,1 g quinin sulfat dengan 300 ml air.
Tambahkan 10 ml $HClO_4$ dan encerkan sampai 1 l.

— Larutan Natrium Hidroksida — Natrium per klorat — DTPA — trietanil amin (TEA).
Larutkan 60 g Natrium Hidroksida (NaOH) dan 320 g Natrium per klorat bebas air ($NaClO_4$) dengan 250 ml air.
Saring memakai saringan rangka fiber glass 7 cm.
Tambahkan 10 ml larutan TEA (20 volume %) ke dalam 13,0 g kristal DTPA dan larutkan dengan 50 ml air dan kira-kira 20 ml larutan NaOH — $NaClO_4$. Jika telah larut sempurna tambahkan larutan NaOH–$NaClO_4$ yang tersisa dan encerkan menajdi 500 ml. Simpan dalam botol plastik, Asamkan sebagian kecil dari larutan dan uji adanya oksidator dengan kertas kalium Iodida — kanji. Jika menunjukkan adanya oksidator, tambahkan natrium sulfit (Na_2SO_3) dalam jumlah kecil, sampai oksidator hilang.

— Larutan Natrium Hidroksida (40 g/l).
Larutkan 20 g NaOH dengan air dan encerkan menjadi 500 ml. Simpan dalam botol plastik.

3.9.3. Persiapan kurva kalibrasi.

3.9.3.1. Larutan kalibrasi.

Pipet 0,5, 1,0, 3,0, 5,0, 7,0 dan 9,0 ml larutan berilium B (1 ml = 0,19 μg Be dan pindahkan masing-masing ke dalam 6 labu ukur 25 ml. Prosedur dilanjutkan sesuai dengan 3.9.3.3.

3.5.3.2. Larutan pembanding.

Pindahkan 5 ml air ke dalam labu ukur 25 ml dan prosedur dilanjutkan sesuai dengan 3.9.3.3.

3.9.3.3. Perkembangan Fluorescence.

- Tambahkan 1 ml larutan Aluminium sulfat ($Al_2(SO_4)3$, 3 ml larutan $NaOH - NaClO_4$ – DTPA – TEA, dan 3 tetes larutan quinin sulfat.
- Tambahkan beberapa tetes $HClO_4$ sampai larutan fluorescense di bawah suatu cahaya ultra violet dan lebihkan 1 tetes. Putar isi labu, untuk melarutkan endapan berilium sebagai hidroksida pada dinding labu.
- Tambahkan larutan NaOH beberapa tetes sampai fluorescense hilang dan lebihkan 2 tetes.
  Bilas leher labu dengan air.
- Tambahkan 5 ml larutan penyangga piperidin dan kocok.
- Tambahkan 1,00 ml larutan merin, encerkan sampai tanda batas dan kocok. Tempatkan labu pada penangas suhu konstan selama 20 menit.

3.9.3.4. Fluorometri.

- Atur flurometer dimana larutan kalibrasi dieksitasi oleh cahaya pada kira-kira 430 nm dan fluorencense dideteksi pada kira-kira 520 nm.
- Pindahkan jumlah yang sesuai dari larutan pembanding ke dalam kuvet dan atur fluorometer pada penyetelan awal.
- Pertahankan keadaan ini beberapa saat dan catat pembacaan fluorometri dari larutan kalibrasi.

3.9.3.5. Kurva Kalibrasi.

Alurkan pembacaan fluorometri dari larutan kalibrasi terhadap mikrogram berilium per 25 ml larutan.

3.9.4. Prosedur.

3.9.4.1. Larutan Uji.

- Timbang 1,00 g contoh, dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- Tambahkan 25 ml air dan 10 ml HCl. Panaskan larutan jika diperlukan untuk mempercepat pelarutan.
- Jika pelarutan telah sempurna, didihkan beberapa menit.
- Tambahkan 5 ml HNO_3 dan 20 ml $HClO_4$ dan uapkan sampai keluar asam $HClO_4$.
  Kurangi panas untuk menghindarkan letupan, dan teruskan pengasapan selama 10 menit. Dinginkan pada suhu kamar.

— Tambahkan 100 ml air dan panaskan untuk melarutkan garam-garam.

— Saring dengan menggunakan kertas saring medium ke dalam labu ukur 500 ml.

— Cuci kertas dan endapan dengan H_2SO_4 (1 + 4), dilanjutkan pencucian beberapa kali dengan air panas. Dinginkan pada suhu kamar, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

— Pindahkan suatu aliquot yang mengandung sejumlah berilium, yang terdapat pada bagian linier dari kurva kalibrasi, tetapi tidak boleh mengandung lebih dari 70 mg aluminium, ke dalam gelas piala 150 ml.

— Tambahkan 10 ml larutan EDTA dan atur isinya kira-kira 40 ml.

— Tambahkan 2 tetes larutan indikator penol merah dan NH_4OH sampai larutan berwarna merah.

— Tambahkan 5 tetes $HClO_4$, tutup gelas piala dengan kaca arloji dan didihkan selama 5 menit.

— Dinginkan pada suhu kamar.

— Pindahkan larutan ke dalam corong pemisah 125 ml.

— Tambahkan 10 tetes asetil aseton, tutup corong pemisah dan campur dengan dikocok.

— Tambahkan beberapa tetes NH_4OH sampai larutan berwarna merah dan lebihkan 5 tetes.

— Tambahkan 10 ml $CHCl_3$ dan kocok dengan kuat selama 2 menit, biarkan bagian-bagiannya terpisah.

— Pindahkan lapisan $CHCl_3$ (bagian bawah) ke dalam corong pemisah 125 ml yang bersih, dan digunakan sebagai cadangan.

— Ulangi ekstraksi dari lapisan berair dengan 4 tetes asetil aseton dan 10 ml $CHCl_3$ dan tambahkan lapisan $CHCl_3$ ke dalam cadangan pertama.

— Tambahkan 20 ml larutan pencuci EDTA ke dalam ekstraks (sari) cadangan $CHCl_3$, kocok selama 30 detik dan biarkan bagian-bagiannya terpisah.

— Alirkan lapisan $CHCl_3$ ke dalam gelas piala 100 ml.

— Tambahkan 2 tetes asetil aseton dan 10 ml $CHCl_3$ ke lapisan larutan pencuci EDTA, kocok selama 30 detik dan tambahkan ekstrak $CHCl_3$.

— Tambahkan 3 ml HNO_3 dan 5 ml $HClO_4$. Tutup gelas piala dengan kaca arloji dan uapkan $CHCl_3$ pada suhu yang dapat mendidihkan $CHCl_3$.

Jika penguapan telah sempurna, naikkan suhu dan biarkan larutan mendidih sampai keluar asap dari $HClO_4$.

— Dinginkan, pindahkan kaca arloji sesudah dicuci dengan air dan uapkan larutan hingga volume menjadi 0,5 ml. Jangan memanggang atau membiarkan gelas piala mengering selama penguapan.

— Dinginkan, tambahkan beberapa tetes air, panaskan untuk melarutkan garam-garam dan dinginkan lagi.

— Pindahkan larutan ke dalam labu ukur 25 ml dan usahakan volumenya kira-kira 10 ml.

3.9.4.2. Larutan pembanding.

— Buat penetapan blanko dengan mengikuti prosedur yang sama dan gunakan jumlah yang sama dari semua pereaksi.

3.9.4.3. Perkembangan fluorescense.

Prosedur sesuai dengan 3.9.3.3.

3.9.4.4. Fluorometri.

Catat pembacaan fluorometri dari standar berilium dan larutan-larutan uji seperti tercantum pada 3.9.3.4.

3.9.5. Perhitungan.

Untuk pembacaan fluorometri dari larutan uji ke dalam mikrogram dari larutan berilium dengan menggunakan kurva kalibrasi.

$$\text{Berilium , ppm} = \frac{A}{B}$$

dimana :

A = mikrogram berilium yang terdapat dalam 25 ml larutan akhir.
B = g contoh yang terdapat dalam 25 ml larutan akhir.

3.10. Kadar Bismut dengan metode Tio Urea (Photometri).

3.10.1 Prinsip.

Dalam larutan asam encer, bismut dapat larut menghasilkan warna kuning dengan tio urea.
Pengukuran photometri kira-kira 420 nm.
Dari konsentrasi tio urea yang diamati kadar bismut dapat diketahui.
Kestabilan warna bismut — tio urea selama 1 jam.
Batas konsentrasi 0,05 — 1,0%.

3.10.2 Bahan-bahan.

— Aluminium, dengan kadar bismut rendah.

— Aluminium mengandung kurang dari 0,001% bismut.

— Larutan baku bismut (1 ml = 0,25 mg Bi).
Timbang 0,2500 g logam bismut (kemurnian min. 99%) dan pindahkan ke dalam gelas piala 150 ml.
Tambahkan 20 ml HNO_3 (1 + 3), panaskan hati-hati sampai contoh larut dan mengeluarkan asap coklat.

— Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda batas dengan HNO_3 (1 + 9) dan kocok.

— Larutan asam borat (pekat).
Larutkan 80 g asam borat H_3BO_3) dengan 1 l air panas dan dinginkan.

— Larutan tio urea (50 g/l).
Larutkan 10 g tio urea dengan kurang lebih 175 ml air. Encerkan menjadi 200 ml dan saring.
Harus disiapkan dalam keadaan baru setiap digunakan.

3.10.3. Persiapan kurva kalibrasi.

3.10.3.1. Larutan kalibrasi.

Pipet 1,0, 2,0, 4,0, 8,0, 12,0, 16,0 dan 20,0 ml larutan bismut (1 ml = 0,25 mg) dan pindahkan masing-masing ke dalam 7 gelas piala 250 ml dan uapkan hati-hati untuk dikeringkan.
Ke dalam masing-masing gelas tambahkan 0,5 g aluminium dengan kadar bismut rendah dan 15 ml HCl (1 + 2) dan tutup, jika reaksi berkurang, tambahkan 10 ml HNO_3 (1 + 4) dan didihkan sampai sebagian logam larut dan oksida dari nitrogen keluar.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai tanda-batas dan kocok.
Saring dengan kertas saring medium, untuk dikeringkan.
Buang bagian pertama dari filtrat.
Pindahkan 10 ml dari filtrat yang bersih ke dalam labu ukur 50 ml.
Prosedur selanjutnya sesuai 3.10.3.3.

3.10.3.2. Larutan pembanding.

Timbang 0,500 g aluminium dengan kadar bismut rendah dan pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml, tambahkan 15 ml HCl (1 + 2) dan tutup.
Jika reaksi berkurang, tambahkan 10 ml HNO_3 (1 + 4) dan didihkan sampai sebagian logam larut dan oksida dari nitrogen ke luar.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Saring dengan kertas saring medium, untuk dikeringkan.
Buang bagian pertama dari filtrat.
Pindahkan 10 ml dari filtrat yang bersih ke dalam labu ukur 50 ml.
Prosedur selanjutnya sesuai 3.10.3.3.

3.10.3.3. Perkembangan warna.

— Tambahkan 5 ml larutan H_3BO_3 dan 10 ml larutan tio urea. Encerkan sampai tanda batas dan kocok.

3.10.3.4. Photometri.

Pindahkan sejumlah larutan pembanding yang sesuai ke dalam sel absorpsi dengan panjang sinar 2 cm dan atur photometer pada penyetelan permula-an, gunakan cahaya yang dipusatkan pada panjang gelombang kira-kira 420 nm.
Jaga kondisi ini dan catat pembacaan photometri dan larutan kalibrasi.

3.10.3.5. Kurva kalibrasi.

Alurkan pembacaan photometri dari larutan kalibrasi terhadap mg bismut per 50 ml larutan.

3.10.4. Prosedur.

3.10.4.1. Larutan uji.

Timbang 0,5 g contoh dengan ketelitian 0,1 mg dan pindahkan ke dalam gelas piala 250 ml.
Tambahkan 15 ml HCl (1 + 2) tutup. Jika reaksi berkurang, tambahkan

10 ml HNO_3 (1 + 4) dan didihkan sampai sebagian logam larut dan oksida dan nitrogen keluar.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Saring dengan kertas saring medium untuk dikeringkan.
Buang bagian pertama dari filtrat.
Pindahkan 10 ml dari filtrat yang bersih ke dalam labu ukur 50 ml. Prosedur selanjutnya sesuai 3.10.3.3.

3.10.4.2. Larutan pembanding.

Prosedur sama dengan 3.10.3.2.

3.10.4.3. Perkembangan warna.

Prosedur sama dengan 3.10.3.3.

3.10.4.4. Photometri.

Catat pembacaan photometri dari larutan uji sesuai dengan 3.10.3.4.

3.10.5. Perhitungan.

Ubah pembacaan photometri dari larutan uji ke dalam mg bismut dengan menggunakan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar bismut (Bi)} = \frac{A}{(B \times 10)} \times \%$$

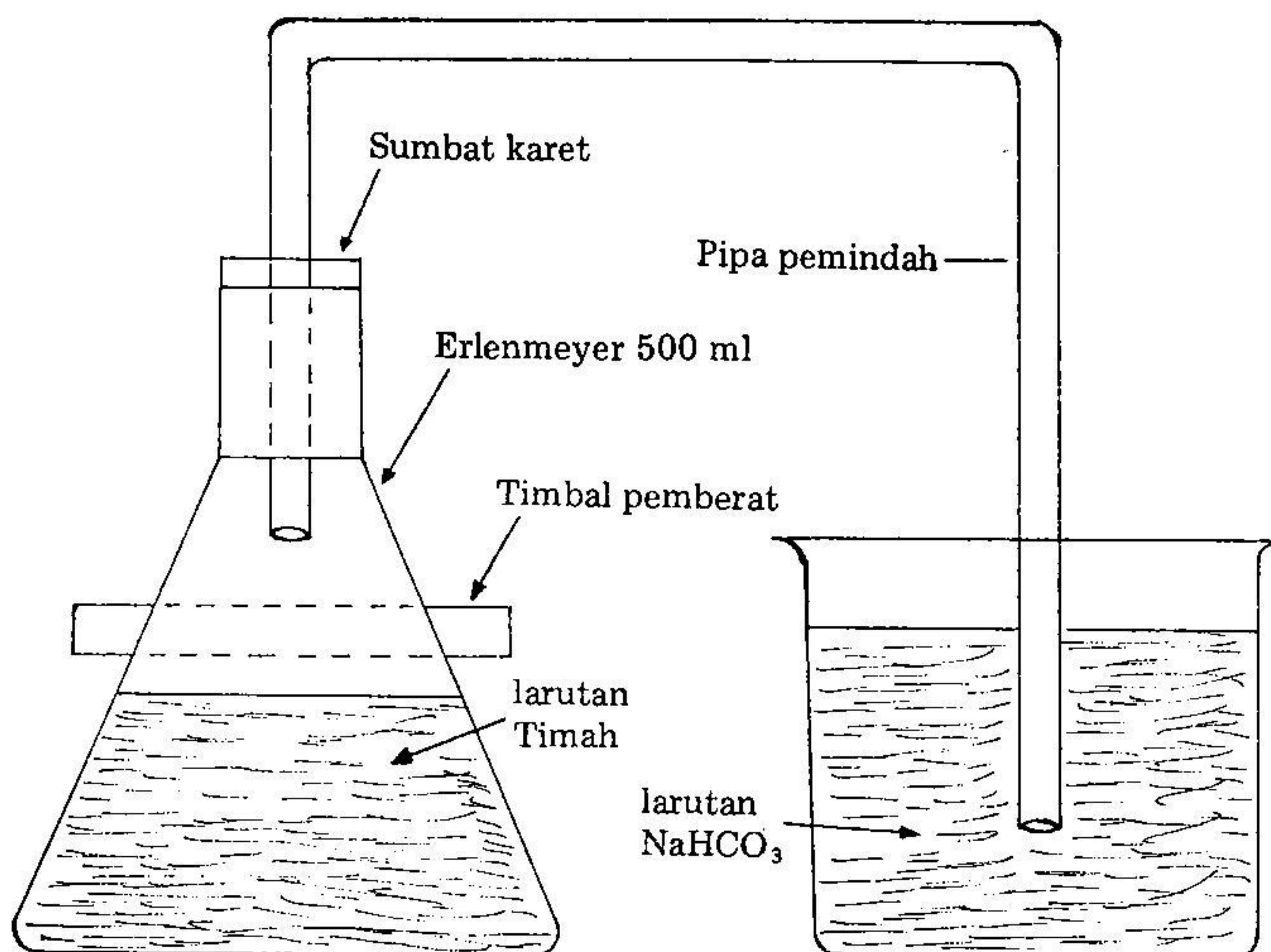
dimana A = mg Bi yang terdapat dalam 50 ml larutan akhir.
B = g contoh yang terdapat dalam 50 ml larutan akhir.

3.11. Kadar Timah dengan metoda Iodat (Titrimetri).

3.11.1. Prinsip.

Contoh dilarutkan dalam asam klorida dan bahan yang tidak larut dibuang.
Dengan adanya antimon yang tidak bereaksi dengan udara, timah direduksi dengan aluminium.
Stano ditritasi dengan larutan iodat dengan menggunakan kanji sebagai indikator.
Batasan konsentrasi dari 0,03 — 1,0%.

3.11.2. Peralatan.

Peralatan untuk reduksi timah.

3.11.3. Bahan-bahan.

- Aluminium, lembaran atau gulungan.
- Antimon, serbuk.
- Kalium Iodat, larutan baku (kira-kira 0,017 N).
- Larutan Natrium Bikarbonat (100 g/l)
  Larutkan 100 g $NaHCO_3$ dengan air, dan encerkan menjadi 1 l.
- Tablet Natrium Bikarbonat (10 butir).
- Larutan kanji, Kalium Iodida.
- Larutan baku timah (1 ml = 0,001 g Sn).

3.11.4. Prosedur.

3.11.4.1. Larutan Uji.

- Timbang 1,0 sampai 3,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan ke dalam erlenmeyer 500 ml.
- Tambahkan 0,25 g antimon dan 150 ml HCl (1 + 2).
  Bila reaksi sudah berhenti, panaskan larutan dan didihkan selama 10 menit sampai timah larut sempurna.
- Saring dengan kertas saring medium dan cuci dengan HCl (1 + 2).

— Kembalikan filtrat ke dalam gelas erlenmeyer semula dan tambahkan 0,25 g antimon dan 0,5 g aluminium.

— Tutup gelas erlenmeyer dengan penutup khusus dan pipa pemindah seperti yang ditunjukkan dalam 3.11.2.

— Didihkan dengan hati-hati selama 10 sampai 15 menit.

— Simpan dalam bak pendingin dengan pipa keluar dari pipa pemindah dicelupkan ke dalam larutan $NaHCO_3$.

— Jika larutan telah dingin, buka penutup, kemudian tambahkan 4 tablet $NaHCO_3$ dan 5 ml larutan kanji kalium Iodida yang masih baru.

— Titrasi dengan cepat dengan larutan Kalium Iodat sampai titik akhir tepat berwarna biru.

3.11.4.2. Pereaksi blanko.

— Buat penetapan blanko dengan mengikuti prosedur yang sama dan gunakan jumlah yang sama dan semua pereaksi.

3.11.5. Perhitungan.

$$\text{Kadar timah (Sn)} = \frac{(A - B) \times C}{D} \times 100\%$$

dimana :

A = ml. larutan KIO_3 yang diperlukan untuk titrasi larutan uji.

B = ml. larutan KIO_3 yang diperlukan untuk titrasi blanko.

C = timah ekivalen dari larutan KIO_3, g/ml.

D = g contoh yang digunakan.

3.12. Kadar Boron dengan matoda Karmin (Photometri).

3.12.1 Prinsip.

Boron dalam bentuk asam borat, bereaksi dengan karmin dalam larutan asam sulfat pekat menghasilkan warna ungu.
Pengukuran dengan photometri dibuat kira-kira 585 nm.
Kestabilan warna sesudah 45 menit.
Batas konsentrasi dari 0,005 – 0,06%.

3.12.2. Bahan-bahan.

Larutan baku Boron (1 ml = 0,05 mg B)
Larutkan 0,2857 g kristal asam borat (H_3BO_3) dengan air panas (jangan lebih dari 40 °C).
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

— Air Brom (pekat).

— Larutan karmin (0,92 g/l).
Timbang 0,46 g karmin dan pindahkan ke dalam botol 1 l yang kering dan bertutup plastik.
Tambahkan 500 ml H_2SO_4 dan masukkan pengaduk magnetik berlapis

plastik. Tutup botol dan aduk dengan menggunakan pengaduk magnetik, sampai karmin larut sempurna.
Simpan di tempat yang gelap.
Natrium karbonat (Na_2CO_3) bebas air.

3.12.3. Persiapan kurva kalibrasi.

3.12.3.1. Larutan Kalibrasi.

Pipet 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 dan 12,0 ml larutan boron (1 ml = 0,05 mg B) dan pindahkan masing-masing ke dalam 7 labu ukur 50 ml. Tambahkan 10 ml H_2SO_4 (1 + 1), encerkan sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar.
Encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Prosedur selanjutnya sesuai dengan 3.12.3.3.

3.12.3.2. Larutan pembanding.

Masukkan 10 ml H_2SO_4 (1 + 1) ke dalam labu ukur 50 ml, encerkan sampai 40 ml, kocok dan dinginkan pada suhu kamar. Encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Prosedur selanjutnya sesuai dengan 3.12.3.3.

3.12.3.3. Perkembangan warna.

Pipet 2 ml aliquot dari larutan pembanding dan dari masing-masing larutan kalibrasi dan masukkan ke dalam erlenmeyer 50 ml yang kering dan bertutup gelas.
Tambahkan 10,0 ml H_2SO_4, kocok dan dinginkan, tutup, kocok, dan biarkan selama 45 menit pada tempat gelap.

3.12.3.4. Photometri.

Pindahkan sejumlah larutan pembanding yang sesuai ke dalam sel absorpsi kering dengan panjang sinar 1 cm dan atur photometer pada penyetelan permulaan, gunakan cahaya yang dipusatkan pada panjang gelombang kira-kira 585 nm.
Jaga kondisi ini, dan catat pembacaan photometri dari larutan kalibrasi.

3.12.3.5. Kurva kalibrasi.

Alurkan pembacaan photometri dari larutan kalibrasi terhadap larutan boron per 22 ml larutan.

3.12.4. Prosedur.

3.12.4.1. Larutan uji.

— Timbang 1,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg dan pindahkan ke dalam labu erlenmeyer 250 ml. Tambahkan 15 ml air Brom, dan 10 ml HCl. Jika reaksi telah sempurna, panaskan di bawah titik didihnya untuk menghilangkan pengaruh dari brom.
— Saring larutan dengan menggunakan kertas saring kasar.
  Dengan kadar abu rendah ukuran 7 cm ke dalam labu ukur 50 ml.
— Cuci gelas erlenmeyer dan kertas 3 sampai 4 kali dengan air panas,

usahakan volume dari filtrat kurang dari 40 ml dan simpan sebagai filtrat cadangan.

— Tutup sisa yang menempel pada kertas saring dengan 0,25 g Na_2CO_3 bebas air dan pindahkan kertas ke dalam cawan platina kecil.

— Keringkan dan arangkan pada suhu rendah di atas pembakar meker, naikkan suhu secara bertahap sampai kertas teroksidasi sempurna dan melebur.

— Lanjutkan pemanasan leburan sampai sempurna (± 10 menit). Dinginkan pada suhu kamar.

— Larutkan leburan dengan kurang lebih 5 ml air panas dan tambahkan dengan diteteskan H_2SO_4 (1 + 1) sampai reaksi berhenti.

— Tambahkan larutan ke dalam filtrat cadangan dalam labu ukur 50 ml, dinginkan, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

3.12.4.2. Larutan pembanding.

Buat pereaksi blanko dengan mengikuti prosedur yang sama dan jumlah yang sama dari seluruh pereaksi, untuk digunakan sebagai larutan pembanding.

3.12.4.3. Perkembangan warna.

Pipet 2 ml aliquot dari larutan dan pindahkan ke dalam gelas erlenmeyer 50 ml yang kering dan bertutup gelas dan prosedur selanjutnya sesuai dengan 3.12.3.3.

3.12.4.4. Photometri.

Catat pembacaan photometri dari larutan uji sesuai dalam 3.12.3.4.

3.12.5. Perhitungan.

— Ubah pembacaan photometri dari larutan uji ke dalam mg boron dengan menggunakan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar Boron (B)} = \frac{A}{(B \times 10)} \times \%$$

dimana :

A = mg Boron yang terdapat dalam 22 ml larutan akhir.
B = g contoh yang terdapat dalam 22 ml larutan akhir.

3.13. Kadar Nikel dengan metoda Dimetil Gioksim (Photometri).

3.13.1. Prinsip.

Nikel setelah dioksidasi dengan brom membentuk larutan garam berwarna merah dengan dimetil glioksim. Pengukuran photometri dibuat kira-kira pada 530 nm.
Kestabilan warna selama 30 menit.
Batas konsentrasi dari 0,02 — 2,0%.

3.13.2. Bahan-bahan.

— Larutan dimetil glioksim dalam alkohol (10 g/l).

– Air Brom (pekat).

– Larutan asam sitrat (100 g/l).
Larutkan 100 g asam sitrat dengan air dan encerkan menjadi 1 l. Tambahkan 1 g asam benzoat untuk mencegah tumbuhnya bakteri.

– Larutan hidrogen sulfida.
Jenuhkan natrium hidroksida (NaOH) (0,2 g/l) dengan hidrogen sulfida (H_2S).
Selalu dalam keadaan baru bila diperlukan.

– Larutan baku Nikel (1 ml = 0,02 mg Ni).
Larutkan 0,200 g nikel (kemurnian minimal 99%) dengan 20 ml HNO_3 (1 + 1).
Didihkan untuk menghilangkan oksida-oksida nitrogen.
Dinginkan, pindahkan ke dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Pindahkan 100 ml aliquot ke dalam labu ukur 1 l, encerkan sampai tanda batas dan kocok.

3.13.3. Persiapan Kurva Kalibrasi.

3.13.3.1. Larutan Kalibrasi.

Pipet 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 dan 20,0 larutan nikel (1 ml = 0,002 mg NI) dan pindahkan masing-masing ke dalam 6 labu ukur 100 ml.
Tambahkan 5 ml asam sitrat dan encerkan sampai kira-kira 50 ml.
Prosedur selanjutnya sesuai dengan 3.13.3.3.

3.13.3.2. Larutan pembanding.

Pindahkan 5 ml larutan asam sitrat ke dalam labu ukur 100 ml dan encerkan sampai kira-kira 50 ml. Prosedur selanjutnya sesuai dengan 3.13.3.3.

3.13.3.3. Perkembangan warna

Tambahkan 5 ml air brom. Tambahkan dengan diteteskan NH_4OH (1 + 1) sampai warna brom hilang dan lebihkan 3 ml. Dinginkan dengan cepat dan tambahkan 3 ml larutan dimetil glioksim. Encerkan sampai tanda batas dan kocok.
Dan biarkan selama 10 menit sesudah penambahan larutan dimetil glioksim.

3.13.3.4. Photometri.

Pindahkan sejumlah larutan pembanding yang sesuai ke dalam sel absropsi dengan panjang sinar 2 cm, dan atur photometer pada penyetelan permulaan, gunakan cahaya yang dipusatkan pada panjang gelombang kira-kira 530 nm.
Jaga kondisi ini dan catat pembacaan photometri dan larutan kalibrasi.

3.13.3.5. Kurva Kalibrasi.

Alurkan pembacaan photometri dari larutan Kalibrasi terhadap mg nikel per 100 ml larutan.

3.13.4. Prosedur.

3.13.4.1. Larutan uji.

- Timbang 1,0 g contoh dengan ketelitian 1 mg dan masukkan ke dalam gelas piala 250 ml.
- Tambahkan 50 ml HCl (1 + 1) dan tutup jika reaksi telah berkurang, cuci tutup dan pinggir gelas piala dan tambahkan 1 ml HNO_3.
- Didihkan dengan hati-hati sampai contoh larut sempurna dan oksida dari nitrogen keluar.
- Dinginkan, pindahkan larutan ke dalam labu ukur 250 ml yang berisi 50 ml larutan H_2S, encerkan sampai tanda batas dan kocok.
- Saring larutan dengan kertas saring medium.
- Pindahkan aliquot yang mengandung 0,02 sampai 0,4 mg Nikel ke dalam gelas piala 100 ml. Dan didihkan untuk menghilangkan H_2S.
- Dinginkan dan pindahkan ke dalam labu ukur 100 ml.
- Tambahkan 10 ml larutan asam sitrat dan encerkan sampai kira-kira 50 ml.

3.13.4.2. Larutan pembanding.

Buat pereaksi blanko dengan mengikuti prosedur yang sama dan jumlah yang sama dari semua pereaksi untuk digunakan sebagai larutan pembanding.

3.13.4.3. Perkembangan warna.

Prosedur sesuai dengan 3.13.3.3.

3.13.4.4. Photometri.

Catat pembacaan photometri dan larutan uji sesuai dengan 3.13.3.4.

3.13.5. Perhitungan.

Ubah pembacaan photometri dari larutan uji ke dalam mg nikel dengan menggunakan kurva kalibrasi.

$$\text{Kadar Nikel (Ni)} = \frac{A}{(B \times 10)} \times \%$$

dimana :

A = mg nikel yang terdapat dalam 100 ml larutan akhir.
B = g contoh yang terdaoat dalam 100 ml larutan akhir.